

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ И ХИМИЧЕСКИ СТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ЧЕТВЕРНЫХ НИТРИДНЫХ СИСТЕМ

Е.А. Жаканбаев¹⁾, В.Н. Володин¹⁾, Ю.Ж. Тулеушев¹⁾, С.В. Злоцкий²⁾

¹⁾Институт Ядерной Физики,

ул. Ибрагимова, 1, Алматы, 050032, Республика Казахстан, lab_ipt@mail.ru

²⁾Белорусский государственный университет,

пр. Независимости, 4, Минск, Беларусь, 220030, uglov@bsu.by

В работе показана технология синтеза защитных покрытий на основе сложных нитридов, полученных методом магнетронного осаждения с использованием эффекта термофлуктуационного плавления. В результате проведенной работы разработана технологическая оснастка, позволяющая получать смеси сложных нитридов с четырех независимых каналов распыления. Также разработана система очистки аргон-азотной смеси, подаваемой в камеру, и бесконтактная система привода внутри камерного перемещения подложек.

Введение

Нержавеющие легированные стали и цветные металлы используются при изготовлении изделий и оборудования, эксплуатируемых в жестких агрессивных средах. Однако не всегда экономически выгодно и технически возможно применение этих материалов. В связи с этим большое значение при производстве изделий и оборудования приобрели защитные металлические покрытия. Применение таких покрытий, предохраняющих изделия от коррозии и механических воздействий сокращает расход дорогостоящих металлов и сплавов и снижает стоимость созданного оборудования [1].

В настоящее время для защиты от коррозии нашли применение следующие способы нанесения металлических покрытий: гальваническое высаживание при электролизе, газотермическое напыление или металлизация, термодиффузионное насыщение в порошке, погружение в расплавленный металл. Выбор металла покрытия и способа его нанесения определяются видом и особенностями изделия, его размерами, условиями эксплуатации, планируемой долговечностью и экономическими соображениями [2]. Перспективными защитными покрытиями являются нитриды металлов, обладающие уникальными свойствами по сравнению с чистыми металлами и сплавами [2-4]. В последнее десятилетие нитриды привлекают внимание широкого круга специалистов, занимающихся синтезом этих соединений, изучением их структуры и разнообразных свойств, а также применением материалов на основе нитридов в различных отраслях современной техники. Высокая температура плавления многих нитридов, их своеобразные механические физические и химические свойства (большая твердость, абразивная способность, тугоплавкость, коррозионная стойкость и др.) обуславливают широкий интерес к материалам на их основе [5-10].

Основная часть

Для приготовления образцов покрытий из нитридов металлов использовалась уникальная ионно-плазменная установка, включающая в себя вакуумную систему, систему подачи газовой сме-

си, магнетронную систему осаждения и систему транспортировки образцов (рис. 1). В качестве подложек покрытий четверных нитридов использовались нержавеющая сталь и монокристаллический кремний.

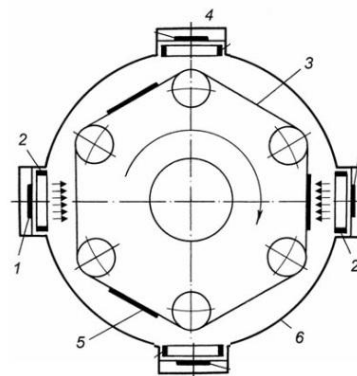


Рис. 1. Камера для получения четверных нитридов: 1- мишени; 2-магнетроны; 3- лента; 4-окно; 5- подложки; 6-корпус.

При получении систем четверных нитридов давление плазмообразующего газа в камере на протяжении всего процесса составляло 0.3 Па, состав реакционного газа для получения нитридов составил 22 об. % азота и 78 об. % аргона. Также на постоянном уровне оставалась скорость вращения барабана относительно магнетронов и составляла 10 об./мин, время осаждения каждого покрытия нитрида составило 60 минут. Особое внимание было уделено очистке аргон-азотной смеси, так как от этого напрямую зависит качество получаемых покрытий. Система подачи газовой смеси включает в себя газовый пост, систему очистки газовой смеси от примесей и устройство для напуска газа в рабочую камеру. Газовый пост (рис. 2) позволяет получить газовую смесь в диапазоне концентраций от чистого аргона до чистого азота. Для получения смеси газов смешительный баллон (2) вакууммируют, затем в него из баллонов 3 и 4 напускают аргон и азот в необходимой пропорции. Парциальное соотношение газов определяют посредством образцового манометра. Далее приготовленную газовую смесь подают в систему очистки газа.

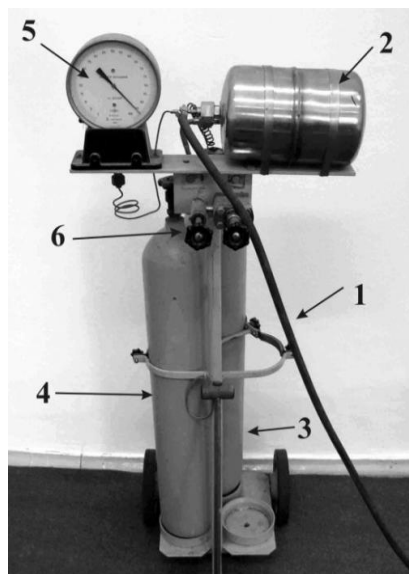


Рис. 2. Устройство подготовки газовой смеси азота и аргона: 1 – газопровод; 2 – смесительный баллон; 3 – баллон с азотом; 4 – баллон с аргоном; 5 – манометр; 6 – натекаль.

Система очистки газовой смеси от примесей состоит из патрона для очистки от примесей кислорода и каталитического очистителя, предназначенного для очистки от паров воды (рис. 3). Газоочистной патрон представляет собой кварцевую трубку с двумя металлическими вклеенными штуцерами, на которую намотан нихромовый нагреватель и, для избегания потерь тепла, теплоизоляция. Внутри кварцевой трубки находится мелконарезанная титановая стружка.

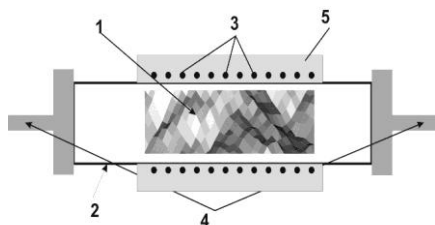


Рис. 3. Газоочистной патрон: 1 – титановая стружка, 2 – кварцевая трубка, 3 – нагреватель, 4 – штуцер, 5 – теплоизоляция.

Каталитический газовый очиститель (рис. 4) представляет собой металлический корпус со штуцерами, в котором находится стеклянная ампула с жидкой галлий-индиевой эвтектикой. Газовая смесь подается в галлий-алюминиевую эвтектику через отверстия с диаметром 0.2-0.3 мм во фторопластовой трубке. Из этих отверстий газ в виде пузырьков малых размеров барботируется через жидкий металл и на поверхности пузырьков происходит химическая реакция между парами воды и алюминием с образованием гидроокиси алюминия. Газовая смесь после очистки в таком фильтре имеет точку росы -70°C , что значительно ниже осушения газа с помощью концентрирован-

ной серной кислоты, при которой точка росы равна -37°C . После очистки газовую смесь подают в систему напуска газа ионно-плазменной установки для синтеза нитридов металлов.

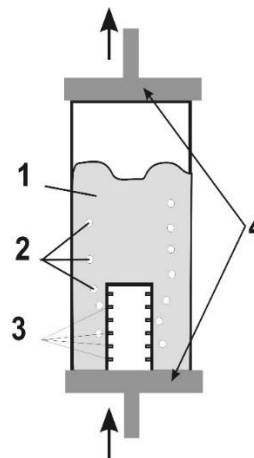


Рис. 4. Каталитический газовый очиститель: 1 – ампула с галлий-алюминиевой эвтектикой, 2 – газ, 3 – фторопластовая трубка, 4 – впускной и выпускной штуцера.

Источник питания магнетронов состоит из четырех независимых параллельных каналов, которые обеспечивают независимую подачу мощности на каждый магнетрон в зависимости от условий эксперимента.

Каждый канал состоит из блока управления тиристорами, оптотиристора, трансформатора и выпрямляющего моста. Канал мощности формирует униполярные импульсы напряжения частотой 100 Гц, амплитудой до 1 кВ и позволяет плавно изменять мощность, подаваемую на магнетрон. Источник питания снабжен быстродействующей автоматической защитой от превышения тока в нагрузке, при этом магнетроны кратковременно обесточиваются, если ток превысит величину, заранее установленную оператором.

Соотношение и толщину осажденных слоев металлов изменяли скоростью распыления мишеней планарных магнетронных распылителей с помощью регулировки подводимой мощности. В каждом технологическом цикле мощность распыления мишеней поддерживали постоянной.

Заключение

В результате разработана ионно-плазменная установка, позволяющая производить одновременное осаждение четырех разных металлов. Разработан источник питания магнетронов, состоящий из четырех независимых параллельных каналов, которые обеспечивают независимую подачу мощности на каждый магнетрон в зависимости от условий эксперимента.

Работа выполнена при поддержке: Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (Ф14КАЗ-024) и Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан.

Список литературы

1. Гнесин Г.Г., Фоменко С.Н. Износостойкие покрытия на инструментальных материалах (обзор) // Порошковая металлургия. 1996. № 9-10. 172 с.
2. Свойства, получение и применение тугоплавких соединений. Справочник / под ред. Косолаповой Т.Я. М.: Металлургия, 1986. 928 с.
3. Андриевский Р.А., Сливак И.И. Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе. Справочник. Ч.: Металлургия, 1989. 368 с.
4. Самсонов Г.В. Нитриды. К.: Наукова думка, 1969. 380 с.
5. Анищик В.М., Углов В.В., Злоцкий С.В., Емельянов В.А., Пономарь В.Н., Ухов В.А. Многослойные наноструктурированные покрытия TiN/ZrN: структура и механические свойства // Перспективные материалы. 2003. № 4. С. 75-78.
6. Musil J., Dohnal P., Zeman P. Physical properties and high-temperature oxidation resistance of sputtered Si₃N₄/MoN_x nanocomposite coatings // J. Vac. Sci. Technology. 2005. V. 23. № 4. P. 1568-1574.
7. Кунченко В.В., Кунченко Ю.В., Картимзов Г.Н., Неклюдов И.М., Мигаль А.А., Романов А.А., Гладких Н.Т., Крышталь А.П., Казаринов Ю.Г. Наноструктурные сверхтвердые покрытия nc-TiN/α-Si₃N₄, полученные методом вакуумно-дугового осаждения // Вопросы атомной науки и техники. 2006.–№ 4. С. 185-190.
8. Кунченко Ю.В., Кунченко В.В., Неклюдов И.М., Картимзов Г.Н., Андреев А.А. Слоистые Ti-Cr-N-покрытия, получаемые методом вакуумно-дугового осаждения // Вопросы атомной науки и техники. 2007. № 2. С. 203-214.
9. Холлек Х. Двойные и тройные карбидные и нитридные системы переходных металлов / Ред. Ю.В. Левинский. М.: Металлургия, 1988. 319 с.
10. Musil J., Daniel R., Zeman P., Takai O. Structure and properties of magnetron sputtered Zr-Si-N films with a high (≥25 at.%) Si content // Thin Solid Films. 2005. V. 478. P. 238-247.

DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR DURABILITY AND CHEMICAL-RESISTANT COATINGS BASED ON QUATERNARY NITRIDE SYSTEM

Yeldar Zhakanbayev¹⁾, Valeriy Volodin¹⁾, Yuriy Tuleushev¹⁾, S. Zlotsky²⁾

¹⁾Institute of Nuclear Physics, Ibragimov, 1 St, Almaty, Republic of Kazakhstan, lab_ipt@mail.ru

²⁾Belarusian State University, Nezavisimosti ave., 4, Minsk, 220030, Belarus, uglov@bsu.by

In this paper the synthesis technology of protective coatings based on complex nitrides, by magnetron sputtering using the effect of thermal fluctuation point. As a result of this work is designed technological equipment, allowing to obtain a mixture of complex nitrides with four independent channels of spraying. Also developed cleaning argon nitrogen mixture supplied to the chamber, and the contactless drive system moving substrate within the chamber.

ВАКУУМНО-ДУГОВОЕ ПЛАЗМЕННО-АССИСТИРОВАННОЕ ОСАЖДЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ: ОБОРУДОВАНИЕ, СИНТЕЗ, СВОЙСТВА

Н.Н. Коваль^{1, 2)}, О.В. Крысина^{1, 2)}, В.В. Шугуров¹⁾

¹⁾Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН), пр. Академический, 2/3, Томск, 634055, Россия,

koval@opee.hcei.tsc.ru, krysina_82@mail.ru, shugurov@opee.hcei.tsc.ru

²⁾Национальный исследовательский Томский государственный университет, пр. Ленина, 32, Томск, 634050, Россия

Представлено ионно-плазменное оборудование для модификации поверхности материалов и изделий, а также для напыления покрытий в дуговых разрядах низкого давления. Показаны преимущества использования источника газоразрядной плотной плазмы на всех этапах формирования покрытий (очистка, нагрев, активация поверхности в плазме инертных газов; плазменно-ассистированное осаждение покрытий). Приведены примеры нанесения износостойких покрытий на конкретные изделия и характеристики этих покрытий.

Введение

Вакуумно-дуговой метод широко применяется для ионно-плазменной модификации поверхностного слоя материалов и изделий, а также синтеза функциональных покрытий [1-2]. Традиционный метод КИБ (конденсация с ионной бомбардировкой) подразумевает генерацию металлической плазмы при испарении материала катода катодным пятном и последующую конденсацию покрытия из плазмы дугового разряда при формировании металлических покрытий или при наличии в камере молекулярного реактивного газа – нитридных, карбидных, оксидных или других покры-

тий более сложного состава. Замена молекулярного газа на ионизированный приводит к интенсификации фазообразования, трансформации структуры покрытия в более мелкозернистую и к улучшению адгезии покрытия с подложкой. Очистка и активация подложек перед осаждением покрытий проходит обычно путем бомбардировки ускоренными в приповерхностном слое металлическими ионами при приложении потенциала ~1 кВ к подложке. Такая предварительная обработка поверхности образцов может приводить не только к очистке, нагреву и активации поверхности, но и изменению элементного и фазового состава